

wesentlichen glatte Oberflächen ohne Kristallstruktur. Der Vorgang konnte mit den zur Verfügung stehenden Mitteln nicht geklärt werden. Es ist aber anzunehmen, daß beim Lufteinlaß durch Tröpfchenbildung auf dem Präparat die Oberfläche der Schicht etwas angelöst wird (siehe Abschnitt 2 b). Vermutlich bilden sich beim Rekristallisieren durch die Gegenwart einer Verunreinigung in der Aufdampfschicht bereits kleine KCl-Kristalle.

### c) Wolframoxyd-Bekeimung

Die Kristallbildung durch Bekeimung kann auch unabhängig von der Luftfeuchtigkeit erfolgen: Eine geringe Menge Wolframoxyd wurde von einem Wolframdraht aus 5 bis 25 cm Entfernung auf eine Spaltfläche aufgedampft. Der Draht war vorher durch Glühen an Luft mit einem Oxydüberzug versehen worden. Darauf wurde von einer zweiten Bedampfungsquelle, ohne vorherigen Lufteinlaß, die KCl-Bedampfung durchgeführt. Wie Abb. 9 zeigt, haben sich Kristalle gebildet. Die feine Rauhigkeit, mit der die ganze Oberfläche bedeckt ist, ist wahrscheinlich auf eine ungewollte zweite Bekeimung am Schluß der Bedampfung zurückzuführen. Bemerkenswert ist die gleichmäßige Orientierung der großen Kristalle. Am Uranschatten, der kantenparallel zur Unterlage liegt, kann man erkennen, daß sie alle um 45° zur Unterlage gedreht sind. Tab. 1 gibt eine

Übersicht über die durchgeführten Bekeimungsversuche.

1. Bedampfung Lufteinlaß (Keimbildung)	2. Bedampfung (Schichtbildung)	Elektronenmikroskopisches Bild
etwa 20 Å KCl von W-Draht	Zimmerluft	etwa 200 Å KCl von W-Draht
—	Zimmerluft	etwa 200 Å KCl von W-Draht
etwa 20 Å KCl von W-Draht	—	etwa 200 Å KCl von W-Draht
etwa 20 Å KCl von W-Draht	trockene Luft	etwa 200 Å KCl von W-Draht
etwa 20 Å KCl von Mo-Draht	Zimmerluft	etwa 200 Å KCl von W-Draht
WO <sub>3</sub> von W-Draht	—	etwa 200 Å KCl von W-Draht

Tab. 1. Bekeimungsversuche.

Zusammenfassend ist also festzustellen, daß bei der Untersuchung insbesondere von Aufdampfschichten hinsichtlich ihres Kristallwachstums Fehlschlüsse durch „Bekeimung“ möglich sind.

Die Untersuchungen wurden im Institut für Angewandte Physik der Universität Hamburg durchgeführt. Dem Leiter des Instituts, Herrn Professor Dr. H. RAETHER, danke ich für die Anregung und Förderung der Arbeit.

<sup>4</sup> E. TRAUB, Z. Angew. Phys. **12**, 545 [1949].

<sup>5</sup> E. ZEHENDER, Optik **7**, 200 [1950].

## Der Einfluß der Kristallitgröße auf die Koerzitivkraft elektrolytisch niedergeschlagener und aufgedampfter Nickel- und Eisenschichten

Von LUDWIG REIMER

Aus dem Physikalischen Institut der Universität Münster/Westf.  
(Z. Naturforsch. **11 a**, 649–655 [1956]; eingegangen am 11. Juli 1956)

Die Kristallitgröße elektrolytisch niedergeschlagener Schichten hängt wesentlich von der Kristallstruktur der Unterlage ab, diejenige von Aufdampfschichten wird wesentlich durch die Temperatur des Trägers bestimmt. Beides wurde elektronenmikroskopisch beobachtet. Schichten, die aus Einkristall-Lamellen bestehen, zeigen Formanisotropie. Sobald die Kristallitausdehnung in Schichtebene in die Größenordnung der Schichtdicke kommt, gewinnt die Kristallanisotropie an Einfluß. Wenn man annimmt, daß die Kristallitgrenzen auch gleichzeitig Grenzen der Eindomänenbereiche sind, so kann man mit den Abschätzungsformeln für die Koerzitivkraft von NÉEL und KITTEL die beobachteten Koerzitivkräfte quantitativ erklären. Auch der Fall der Spannungsanisotropie läßt sich realisieren, wenn man dünne Schichten mit Kristallanisotropie äußeren Spannungen unterwirft.

Von NÉEL<sup>1</sup> und KITTEL<sup>2</sup> wurde gezeigt, daß kleinste ferromagnetische Teilchen und dünne Schichten aus Eindomänenbereichen bestehen, wenn die Abmessungen (Durchmesser bzw. Schichtdicke) kleiner

als eine kritische Größe werden. Dadurch fällt für die Ummagnetisierung der Weisschen Bezirke die

<sup>1</sup> L. NÉEL, C. R. Acad. Sci., Paris **224**, 1488 [1947].

<sup>2</sup> C. KITTEL, Phys. Rev. **70**, 96 [1946].



Dieses Werk wurde im Jahr 2013 vom Verlag Zeitschrift für Naturforschung in Zusammenarbeit mit der Max-Planck-Gesellschaft zur Förderung der Wissenschaften e.V. digitalisiert und unter folgender Lizenz veröffentlicht: Creative Commons Namensnennung-Keine Bearbeitung 3.0 Deutschland Lizenz.

Zum 01.01.2015 ist eine Anpassung der Lizenzbedingungen (Entfall der Creative Commons Lizenzbedingung „Keine Bearbeitung“) beabsichtigt, um eine Nutzung auch im Rahmen zukünftiger wissenschaftlicher Nutzungsformen zu ermöglichen.

This work has been digitized and published in 2013 by Verlag Zeitschrift für Naturforschung in cooperation with the Max Planck Society for the Advancement of Science under a Creative Commons Attribution-NoDerivs 3.0 Germany License.

On 01.01.2015 it is planned to change the License Conditions (the removal of the Creative Commons License condition "no derivative works"). This is to allow reuse in the area of future scientific usage.

Möglichkeit der Wandverschiebung fort, was einen Anstieg der Koerzitivkraft zur Folge hat, da die jetzt nur möglichen Drehprozesse höhere Gegenfeldstärken erfordern. Je nachdem welche Anisotropieeinflüsse den Magnetisierungsvektor in einer Voreinstellung festzuhalten suchen, sind drei Abschätzungsformeln für die Koerzitivkraft aufgestellt worden:

$$H_c = 2 K/J_s \quad (\text{Kristallanisotropie}), \quad (1)$$

$$H_c = 3 \lambda_\infty \sigma_i / J_s \quad (\text{Spannungsanisotropie}), \quad (2)$$

$$H_c = (N_t - N_0) J_s \quad (\text{Gestalts- oder Formanisotropie}). \quad (3)$$

Hierin bedeuten  $K$  = Kristallanisotropiekonstante,  $J_s$  = Sättigungsmagnetisierung,  $\lambda_\infty$  = Sättigungsmagnetostriktion,  $\sigma_i$  = innere Spannung,  $(N_t - N_0)$  die Differenz der Entmagnetisierungsfaktoren in Richtung der kürzesten und längsten Ausdehnung bei Teilchen, die erheblich von der Kugelgestalt abweichen.

Wenn man diese Abschätzungsformeln auf dünne Schichten anwenden will, so muß man berücksichtigen, daß sie für kleine Einzelteilchen abgeleitet sind. Es taucht daher die Frage auf, wie sich in einer Schicht die benachbarten Eindomänenbereiche gegenseitig beeinflussen und ob die Formeln (1) bis (3) auch noch für dünne Schichten Gültigkeit besitzen. Eng verknüpft mit dieser Problemstellung ist die Frage, wodurch die Eindomänenbereiche innerhalb der Schicht begrenzt werden. Die Untersuchungen, über die hier berichtet werden soll, zeigten, daß die Kristallitgrenzen auch gleichzeitig Grenzen der Eindomänenbereiche sein müssen. Es gelang durch systematische Veränderung der Schichtstruktur alle drei Anisotropieeinflüsse auf die Koerzitivkraft zu verwirklichen.

### Elektrolytisch niedergeschlagene Nickelschichten

Über die Präparation der elektrolytischen Niederschläge und die Durchführung der ballistischen Messungen wurde bereits in einer früheren Veröffentlichung<sup>3</sup> berichtet. Die dort wiedergegebene Schichtdickenabhängigkeit der Koerzitivkraft wurde an elektrolytisch niedergeschlagenen Nickelschichten erhalten, die auf ebenfalls elektrolytisch niedergeschlagenen Kupferunterlagen abgeschieden wurden, und

ist als Kurve 1 in Abb. 1 eingetragen. Mit einer Chromsäurelösung war es nach einem Verfahren von WEIL und READ<sup>4</sup> möglich, diese Schichten von der Unterlage abzulösen und elektronenmikroskopisch freitragend zu untersuchen<sup>5</sup>. Bei der elektronenmikroskopischen Untersuchung erwies sich vor allem die Beobachtung im Dunkelfeld als besonders geeignet, um bei den kristallinen Schichten die Größe und Form der Kristallite zu erkennen. Bei

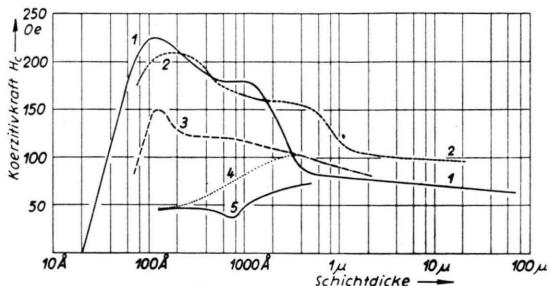


Abb. 1. Die Koerzitivkraft elektrolytisch niedergeschlagener Nickelschichten auf verschiedenen Unterlagen: 1. elektrolytisch abgeschiedenes Kupfer (mittlere Kristallitgröße  $0.5 \mu$ ), 2. elektrolytisch abgeschiedenes Zink ( $5 \mu$ ), 3. Kupferaufdampfschicht auf Kupfer ( $500 \text{ \AA}$ ), 4. Wolframbad ( $300 \text{ \AA}$ ), 5. Kupferaufdampfschicht auf Glas ( $200 \text{ \AA}$ ).

der Dunkelfeldbeobachtung gelang die durch BRAGG-sche Reflexion an den Netzebenen abgebeugte Strahlung zur Abbildung. Es zeigte sich, daß die auf Elektrolytkupfer abgeschiedenen Nickelschichten orientiert auf den Kupferkristallen aufwachsen (die Gitterkonstanten von Ni und Cu unterscheiden sich nur um 3%) und damit aus ausgedehnten Einkristalllamellen bestehen (Abb. 2\*). Es lag daher die Vermutung nahe, daß man durch eine Kupferunterlage mit kleineren Kristalliten auch feinkristalline Nickelschichten erhält. Daher wurden auf Glas aufgedampfte Kupferschichten (Dicke etwa  $2000 \text{ \AA}$ ) als Unterlage für die elektrolytische Abscheidung der Nickelschichten benutzt. Die elektronenmikroskopische Dunkelfeldbeobachtung zeigt jetzt einen wesentlich feineren Kristallitaufbau, bei dem die Ausdehnung der Kristallite in Schichtebene etwa ebenso groß ist wie die Schichtdicke (Abb. 3). Die Messungen der Koerzitivkraft an diesen Nickelschichten ergab die Kurve 5 in Abb. 1. Die auf anderen Unterlagen erhaltenen Ergebnisse und die elektronenmikroskopisch ermittelten Kristallitausdehnungen in Schichtebene sind ebenfalls in Abb. 1 vermerkt. Die auf Kupfer aufgedampften Kupferschichten als Un-

<sup>3</sup> L. REIMER, Z. Naturforschg. **10a**, 1030 [1955].

<sup>4</sup> R. WEIL u. H. J. READ, J. Appl. Phys. **21**, 1068 [1950].

<sup>5</sup> L. REIMER, Z. Metallkd., im Druck.

\* Abb. 2, 3, 6, 7, 8, 11 und 13 auf Tafel S. 648 d-f.

terlage führen zu einer größeren Kristallitgröße als die auf Glas aufgedampften Schichten, weil sich im ersten Fall ein orientierender Einfluß der Kupferunterlage bemerkbar macht.

Im folgenden sollen vor allem die beiden Extremfälle der Nickelschichten auf elektrolytisch abgeschiedenem Kupfer (Kurve 1) und auf einer auf Glas aufgedampften Kupferschicht als Unterlage (Kurve 5) näher diskutiert werden. Innere Spannungen scheiden für die Erklärung der hohen Koerzitivkräfte unterhalb 1000 Å aus. Dies wird vor allem durch eine zweistündige Erholung der Schichten bei 200°C bestätigt. Ebenso wie bei den Nickelschichten auf Elektrolytkupfer, über die bereits berichtet wurde<sup>3</sup>, wird im Gebiete der Eindomänenstruktur die Größe der Koerzitivkraft auch bei den Nickelschichten auf Kupferaufdampfschicht durch Temperung bei 200°C nur unwesentlich verändert, während bei Schichtdicken größer als 1000 Å Abnahmen der Koerzitivkraft durch thermische Erholung der inneren Spannungen beobachtet werden (s. Abb. 1 in der früheren Arbeit<sup>3</sup> und Abb. 4 dieser Arbeit). Nach ebenfalls durchgeführten Messungen der Remanenz und reversiblen Magnetisierungsarbeit an denselben Schichten muß man den Schluß ziehen, daß sich in den elektrolytisch niedergeschlagenen Nickelschichten die inneren Spannungen, die sich vorwiegend als Zugspannungen zwischen Schicht und Unterlage ausbilden, erst oberhalb Schichtdicken von 1000 Å aufbauen und bei etwa 1 μ einen konstanten Wert erreichen.

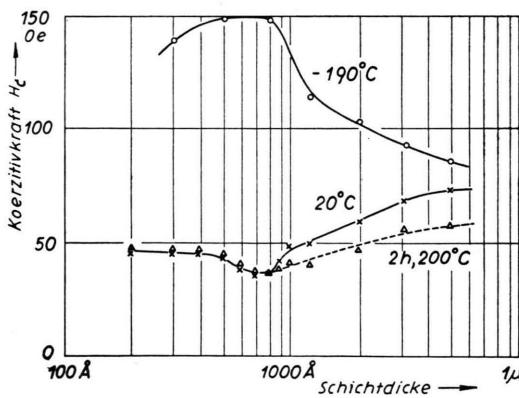


Abb. 4. Koerzitivkraft dünner elektrolytisch niedergeschlagener Nickelschichten auf Kupferaufdampfschicht als Unterlage. (×) Koerzitivkraft nach der Herstellung, bei 20°C gemessen, (○) bei -190°C gemessen, (△) nach 2 h 200°C bei 20°C gemessen.

Zwischen den jetzt noch verbleibenden Möglichkeiten der Koerzitivkrafterhöhung bei Eindomänen-

struktur kann man nach Gl. (1) und (3) mittels der Temperaturabhängigkeit der Koerzitivkraft entscheiden. Es genügt, Messungen bei Zimmertemperatur und -190°C vorzunehmen. Die Kristallenergie  $K$  nimmt bei Nickel gegenüber Zimmertemperatur um einen Faktor 5 zu, während die Sättigungsmagnetisierung  $J_s$  nur um einen Faktor 1,1 zunimmt. Experimentell nimmt die Koerzitivkraft bei den Schichten mit Elektrolytkupfer als Unterlage bei Abkühlung auf -190°C in einem DEWAR-Gefäß um einen Faktor 1,1 zu, was auf eine Proportionalität mit  $J_s$  und damit Formanisotropie schließen läßt. Die Tieftemperatormessungen mit den Aufdampfschichten als Unterlage sind in Abb. 4 eingetragen. Es resultiert ein sehr starker Anstieg der Koerzitivkraft um maximal das 4-fache, was nur durch Kristallanisotropie erklärt werden kann.

Für diese beiden Fälle können jetzt auch quantitative Abschätzungen der Koerzitivkraft vorgenommen werden. Nach elektronenmikroskopischen Beobachtungen liegt bei den Schichten auf Elektrolytkupfer ein Schichtaufbau aus Einkristall-Lamellen vor (Abb. 2). Aus diesen Dunkelfeldaufnahmen kann man aber auch noch weiter entnehmen, daß die Kristallitformen in der Schichtebene häufig länglich gestaltet sind. Aus zahlreichen ähnlichen Aufnahmen wurde eine mittlere Kristallitausdehnung in Schichtebene von 0,5 μ und ein mittleres Dimensionsverhältnis 1 : 3 bestimmt. Es handelt sich bei diesen Zahlenangaben natürlich nur um rohe Abschätzungen.

Zunächst einmal wird sich der Magnetisierungsvektor in den einzelnen Kristall-Lamellen, die man als Eindomänenbereiche ansehen kann, in die Schichtebene einstellen, weil in senkrechter Richtung die Entmagnetisierung zu groß ist. Innerhalb der Schichtebene kann er sich dann noch in die Richtung des kleinsten Entmagnetisierungsfaktors, also die Richtung größter Längenausdehnung stellen. Um für den Ausdruck  $(N_t - N_0)$  in (3) aus den oben angegebenen mittleren Abmessungen einen Zahlenwert zu erhalten, wurden für eine 200 Å dünne Schicht die einzelnen Kristallite durch ein dreiachsiges Ellipsoid mit den Hauptachsen  $a = 0,5 \mu$ ,  $b = \frac{1}{3} \cdot 0,5 \mu$  und  $c = 200 \text{ \AA}$  angenähert. Die Entmagnetisierungsfaktoren für ein dreiachsiges Ellipsoid wurden einer Arbeit von OSBORN<sup>6</sup> entnommen. Es ergibt sich  $(N_b - N_a) = 0,08 \cdot 4\pi$ , was dem  $(N_t - N_0)$  in (3)

<sup>6</sup> J. A. OSBORN, Phys. Rev. 67, 351 [1945].

entspricht. Wenn man diesen Zahlenwert in (3) einsetzen will, so muß noch durch einen Faktor 1/2 berücksichtigt werden, daß die durch Ellipsoide angenäherten Kristallite regellos in der Schicht orientiert sind.

Man erhält dann:

$$H_c = 0,5(N_t - N_0) J_s = 0,5 \cdot 0,08 \cdot 4\pi \cdot 500 = 250 \text{ Oe}$$

Es zeigt sich also, daß man schon bei einer verhältnismäßig kleinen Formanisotropie von  $a/b = 3/1$ , die mit den elektronenmikroskopischen Aufnahmen (Abb. 2) und deren Vermessung verträglich ist, Koerzitivkräfte von der beobachteten Größenordnung erhält.

Im Falle der feinkristallinen Schichten auf der Kupferaufdampfschicht als Unterlage wird auf Grund der Temperaturabhängigkeit der Koerzitivkraft die magnetische Vorzugslage durch die Kristallanisotropie bestimmt. Bei diesen Schichten wird man daher im entmagnetisierten Zustand eine regellose Verteilung der Magnetisierungsvektoren nach allen Richtungen vorliegen haben. Für die Abschätzung der Koerzitivkraft gemäß (1) bedeutet dies, daß man für  $K$  einen vielkristallinen Mittelwert einzusetzen hat. An völlig spannungsfreiem kompaktem Material ergibt sich für Nickel  $K = 7000 \text{ erg/cm}^3$ . Setzt man diesen Zahlenwert in (1) ein, so erhält man  $H_c = 30 \text{ Oe}$ . (Irrtümlicherweise wird in der Literatur oft für  $K$  die Kristallanisotropie-Konstante  $K_1$  eingesetzt.) Die Mittelung über alle Orientierungen ist bereits in dem Mittelwert von  $K$  berücksichtigt. Der Wert von 30 Oe stimmt ebenfalls gut mit dem beobachteten Wert von 45 Oe (Kurve 5 in Abb. 1) überein. Da die Ausdehnung der Kristallite in Schichtebene bei diesen Schichten etwa 200 Å beträgt, hat die Schichtdicke die gleiche Größenordnung, so daß man „würfelförmige“ Kristallite vorliegen hat, die zu keiner nennenswerten Formanisotropie führen. Mit wachsender Kristallitausdehnung in Schichtebene werden die Kristallite immer mehr von einer isotropen Gestalt abweichen, so daß die Formanisotropie an Einfluß gewinnt, wie es bei den Kupferaufdampfschichten auf Kupfer als Unterlage der Fall ist, die nach elektronenmikroskopischen Beobachtungen eine mittlere Kristallitgröße von 500 Å in der Schichtebene liefern. Daher liegt die Koerzitivkraft dieser Schichten auch zwischen den Werten, die die eben diskutierten Schichten aufweisen (Kurve 3 in Abb. 1).

## Der Einfluß äußerer Spannungen auf die Koerzitivkraft elektrolytisch niedergeschlagener Nickelschichten

Wie schon erwähnt wurde, bauen sich die inneren Spannungen in den elektrolytisch niedergeschlagenen Schichten oberhalb 1000 Å auf, also außerhalb des Bereiches, in dem die Eindomänenstruktur auftritt. Daher wurde unterhalb 1000 Å nur Kristall- oder Formanisotropie je nach der Kristallitgröße der Schichten beobachtet. Man kann aber den Fall der Spannungsanisotropie erreichen, wenn man künstlich in den Schichten dünner als 1000 Å Spannungen erzeugt. Hierzu eignen sich besonders die feinkristallinen Schichten auf der Kupferaufdampfschicht als Unterlage, da diese mit 45 Oe infolge Kristallanisotropie relativ niedrige Koerzitivkräfte aufweisen. Innere Spannungen konnten auf zwei verschiedene Weisen in die Probe gebracht werden. Bei einer einstündigen Temperung der Schichten bei 300°C und anschließender Abschreckung ergab sich eine Erhöhung der Koerzitivkraft (Abb. 5) durch Spannungen, die durch den verschiedenen thermischen Ausdehnungskoeffizienten von Glas und Nickelschicht hervorgerufen werden. Es ist zu beachten, daß die Koerzitivkrafterhöhung nur im Gebiete der Eindomänenstruktur auftritt. Bei den Schichten dicker als 1000 Å, bei denen man mit der klassischen Spannungstheorie rechnen kann, macht eine kleine Erhöhung der bereits vorhandenen Spannungen nichts aus.

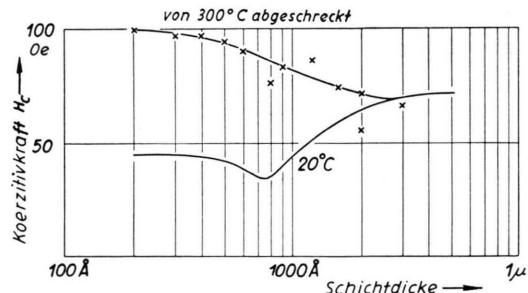


Abb. 5. Zunahme der Koerzitivkraft von Nickelschichten auf Kupferaufdampfschicht als Unterlage nach Abschrecken von 300°C auf Zimmertemperatur.

Etwas genauer kann man den Einfluß einer äußeren Spannung untersuchen, wenn man die Schichten auf durchgebogene Träger aufelektrolysiert. Je nachdem, ob die Schicht auf der konkaven oder konvexen Seite niedergeschlagen wird, werden nach dem Gehrabeugen der Unterlage Zug- bzw. Druckspannun-

gen auftreten, die man aus der Dicke der Unterlage und dem Krümmungsradius berechnen kann. Da sich die Glasträger nicht durchbiegen lassen, wurden für diese Versuche Kupferaufdampfschichten auf Kupferstreifen als Unterlage benutzt, die aber zwischen Aufdampfschicht und massivem Kupfer eine dünne Lackschicht hatten, damit nicht höhere Koerzitivkräfte wie in Kurve 3, Abb. 1, resultierten. In der folgenden Tab. 1 sind Messungen an zwei Schichten herausgegriffen, von denen die dickere (5000 Å) sich bereits außerhalb des Eindomänenbereiches befindet und auch schon hohe innere Spannungen aufweist. Die andere Schicht von 500 Å zeigt Eindomänenstruktur und noch keine inneren Spannungen. Die Abnahme der Koerzitivkraft unter Druckspannung bei der 5000 Å-Schicht beweist, daß diese Schichten unter Zugspannung stehen. Durch die angelegte Druckspannung wird die innere Zugspannung teilweise kompensiert, während die von außen angelegte Zugspannung keine große weitere Erhöhung der Koerzitivkraft verursacht. Bei der dünnen Schicht (500 Å) führt dagegen sowohl eine Zug- als auch eine Druckspannung zur Koerzitivkrafterhöhung. Bei Druckspannungen ist die Koerzitivkraft am größten, weil hierdurch eine Vorzugsrichtung in Probenrichtung geschaffen wird, während bei den Zugspannungen die Vorzugsrichtung mehr senkrecht dazu in Richtung der größten Stauchung liegt. Dies kann auch aus gleichzeitig gemessenen Werten der Remanenz geschlossen werden.

Schichtdicke	ohne Spannung	mit Zugsp.	mit Drucksp.
5000 Å	85	90	65
500 Å	42	76	135

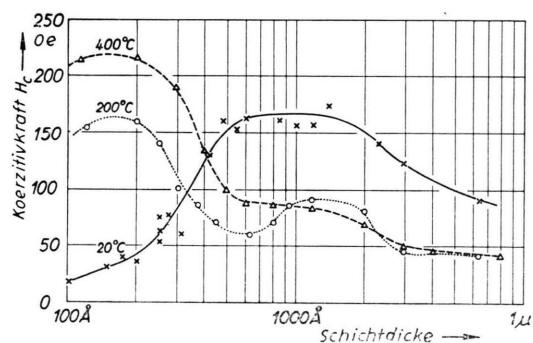
Tab. 1. Koerzitivkräfte in Oe.

Diese Versuche zeigen also, daß der Anisotropieeinfluß der Spannungen nach Gl. (2) in den dünnen Schichten ebenfalls zu realisieren ist.

### Aufgedampfte Nickelschichten

Nachdem die Untersuchungen an den elektrolytisch niedergeschlagenen Nickelschichten gezeigt haben, daß die Kristallitgröße entscheidend die magnetischen Eigenschaften im Eindomänenbereich beeinflußt, lag es nahe, auch einmal die Schichten nach einem anderen Herstellungsverfahren zu erzeugen.

Als Unterlage wurden die gleichen vorverkupferten Bronzefäden benutzt, die auch bei der elektrolytischen Abscheidung als Unterlage dienten (Kurve 1 in Abb. 1). Um die Schichtstruktur zu verändern, wurden die Unterlagen während der Bedampfung auf verschiedenen hohe Temperaturen aufgeheizt. Die Heizung erfolgte durch Stromdurchgang. Die Temperatur des Trägers wurde mit einem angehefteten Thermoelement gemessen. Das Ergebnis der elektronenmikroskopischen Strukturuntersuchung dieser Schichten, die ebenso wie die Elektrolytschichten von der Unterlage abgelöst wurden<sup>5</sup>, ist in Abb. 6 bis 8 wiedergegeben. Die Dunkelfeldaufnahme einer auf kaltem Träger ( $20^\circ\text{C}$ ) aufgedampften Schicht (Abb. 6) zeigt einen sehr feinkristallinen Aufbau ohne Orientierungseinfluß der Unterlage. Eine bei  $200^\circ\text{C}$  aufgedampfte Schicht zeigt bereits stellenweise Einkristallamellen, während daneben noch Gebiete mit sehr kleinen Kristalliten zu finden sind (Abb. 7). Bei einer TrägerTemperatur von  $300^\circ\text{C}$  ist die Schicht vollkommen durchorientiert. Der Vergleich von Hell- und Dunkelfeld in Abb. 8 zeigt die Ausbildung ausgedehnter Einkristallamellen. Es ist besonders eindrucksvoll, wie die durch BRAGGSche Reflexion im Hellfeld dunklen Kristallite im Dunkelfeld aufleuchten. Die Messungen der Koerzitivkraft an diesen Aufdampfschichten zeigen Ergebnisse (Abb. 9), die auf Grund des kristallinen Aufbaues nach den Ergebnissen an elektrolytisch abgeschiedenen Schichten zu erwarten sind. Die kalt aufgedampften Schichten haben im Gebiete der Eindomänenstruktur sehr kleine Koerzitivkräfte (20 Oe).

Abb. 9. Koerzitivkraft aufgedampfter Nickelschichten. Temperatur der Kupferunterlage:  $20^\circ\text{C}$ ,  $200^\circ\text{C}$  und  $400^\circ\text{C}$ .

Das große Maximum der Koerzitivkraft ist einwandfrei auf innere Spannungen zurückzuführen. Im Gegensatz zu den Elektrolytschichten bilden sich bei den Aufdampfschichten die inneren Spannungen bereits bei geringeren Schichtdicken aus. Die heiß auf-

gedampften Schichten ( $400^{\circ}\text{C}$ ) zeigen den gleichen Maximalwert der Koerzitivkraft von 250 Oe, der auch bei den Elektrolytschichten mit Einkristalllamellen beobachtet wurde (Kurve 1 in Abb. 1). Die bei  $200^{\circ}\text{C}$  aufgedampften Schichten zeigen einen Übergang zwischen diesen beiden Extremfällen. Das zweite kleinere Maximum bei größeren Schichtdicken ist noch auf restliche innere Spannungen zurückzuführen, die bei dieser Temperatur noch entstehen, wenn auch mit kleinerer Amplitude als bei den kalt aufgedampften Schichten.

COLLINS und HEAVEN<sup>7</sup> finden an Nickelschichten, die auf heißer Steinsalzunterlage ( $400^{\circ}\text{C}$ ) aufgedampft wurden, ebenfalls Koerzitivkräfte von etwa 300 Oe. Da bei diesen Schichten ebenfalls eine Durchorientierung beobachtet wurde, fügen sich diese Untersuchungen zwanglos in die Ergebnisse dieser Arbeit ein. Die Erhöhung der Koerzitivkraft wird aber auch dort durch Formanisotropie erfolgen und nicht, wie diese Autoren annehmen, durch Kristallanisotropie.

In Abb. 10 soll an Hand einer Magnetisierungskurve einmal die Genauigkeit des ballistischen Meßverfahrens an den dünnen Schichten demonstriert werden. Es wurden zur Vergrößerung des ballistischen Ausschlages 4 Schichten übereinandergelegt. Die Schichten hatten die Abmessungen  $4 \times 100 \text{ mm}^2$ . Es handelt sich um Nickelschichten, die bei Trägertemperatur von  $200^{\circ}\text{C}$  aufgedampft wurden. Man erkennt eine unregelmäßige Form der Magnetisierungskurve, die immer dann beobachtet wird, wenn sich Magnetisierungskurven von „weichem“ und „hartem“ Material überlagern. Dieses Ergebnis ist an Hand der elektronenmikroskopischen Beobachtungen zu verstehen, denn die Abb. 7 zeigt ja neben den Einkristalllamellen mit hoher Koerzitivkraft noch

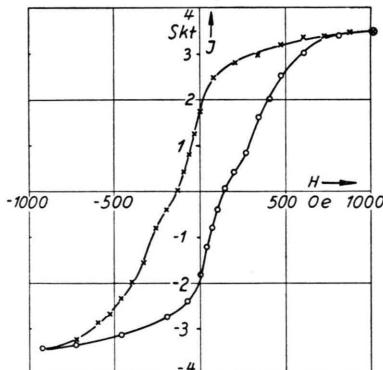


Abb. 10. Magnetisierungskurve einer auf Kupfer ( $200^{\circ}\text{C}$ ) aufgedampften Nickelschicht (Schichtdicke: 125 Å).

unorientierte kleine Kristallite mit kleiner Koerzitivkraft.

Neben der Koerzitivkraft sind auch bei allen Schichten die Remanenz, reversible Magnetisierungsarbeit und Permeabilität im Remanenzpunkt gemessen worden. Es ergeben sich interessante Zusammenhänge zwischen diesen Größen, über die in einer späteren Veröffentlichung berichtet werden soll.

### Elektrolytisch niedergeschlagene und aufgedampfte Eisenschichten

Die Abhängigkeit der Koerzitivkraft dünner Schichten von der Kristallitgröße wird auch an den untersuchten Eisenschichten voll bestätigt, nur daß bei Eisen die Variation der Kristallitgröße nicht über einen so großen Bereich möglich ist wie bei Nickel. Die auf Kupfer elektrolytisch niedergeschlagenen Eisenschichten fallen nämlich sehr feinkristallin aus. Die Dunkelfeldaufnahme (Abb. 11 a) zeigt aber dennoch Anhäufungen von Kristallreflexen, was doch auf einen geringen Orientierungseinfluß der Unterlage schließen läßt. Es ist interessant, daß Eisenschichten auf einer Kupferaufdampfschicht als Unterlage die gleiche Kristallitgröße zeigen, nur mit dem Unterschied, daß die Dunkelfeldreflexe statistisch verteilt sind. Die Messungen der Koerzitivkraft (Abb. 12) stimmen daher auch überein, während bei den Nickelschichten diese beiden Unter-

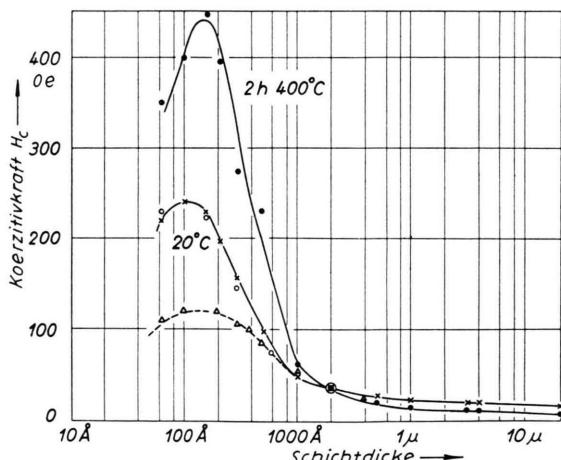


Abb. 12. Koerzitivkraft elektrolytisch abgesiedener Eisenschichten. (X) Elektrolytkupfer als Unterlage, (○) Kupferaufdampfschicht als Unterlage, (△) aus altem Elektrolyten abgeschieden, (●) wie (X), aber nach Temperung 2 h bei  $400^{\circ}\text{C}$ .

<sup>7</sup> L. E. COLLINS u. O. S. HEAVENS, Phil. Mag. **45**, 283 [1954].

lagen gerade die extremsten Unterschiede liefern. Man könnte annehmen, daß der Betrag der Koerzitivkraft auf Grund der geringen Kristallitgröße nach der Formel für Kristallanisotropie, (1) zu berechnen ist. Setzt man den vielkristallinen Mittelwert  $K = 90\,000 \text{ erg/cm}^3$  und die Sättigungsmagnetisierung  $J_s = 1715 \text{ G}$  ein, so resultiert  $H_c = 105 \text{ Oe}$ . Wenn man andererseits annähme, daß Formanisotropie mit der gleichen Kristallitform wie bei den Nickelschichten auf Elektrolytkupfer (Kurve 1 in Abb. 1) vorlänge, so würde ein um  $J_{s,\text{Fe}}/J_{s,\text{Ni}} = 3,5$  größerer Wert von  $H_c = 840 \text{ Oe}$  folgen. Die beobachtete Koerzitivkraft von 240 Oe im Maximum spricht also für eine Mittelstellung zwischen reiner Kristallanisotropie und Formanisotropie. Diese Ergebnisse wurden mit frisch angesetzten Eisenelektrolyten erhalten (Ferroammoniumsulfatbad). Wenn man Eisenbäder benutzt, die bereits Wochen stehen und in denen Hydroxyd ausgeflockt ist, so erhält man etwas geringere Kristallitgrößen und auch geringere Koerzitivkräfte von 130 Oe (Abb. 12), die also dem Wert von 105 Oe für reine Kristallanisotropie bereits näher liegen. Ein Anwachsen der Kristallitgröße kann man erreichen, wenn man die Schichten mit der Kupferunterlage bei  $400^\circ\text{C}$  tempert (Abb. 11 b). Da jetzt die Ausdehnung der Kristallite in Schichtebene wieder wesentlich größer als die Schichtdicke ist, gewinnt die Formanisotropie an Einfluß und die Koerzitivkraft nimmt wesentlich zu (Abb. 12). Es sei noch kurz darauf hingewiesen, daß bei den dickeren Schichten nach der Wärmebehandlung die Koerzitivkräfte abnehmen, weil die inneren Spannungen beseitigt werden.

Ein völlig analoges Verhalten erhält man bei den Eisenaufdampfschichten. Hier wurden die Schichten nicht nachträglich getempert, sondern direkt auf die  $400^\circ\text{C}$  heißen Kupferträger aufgedampft. Die Kri-

stallitgrößen (Abb. 13) sind in beiden Fällen die gleichen wie bei den Elektrolytschichten. Deshalb besteht auch in der Schichtdickenabhängigkeit der Koerzitivkraft (Abb. 14) im Gebiete der Eindomä-

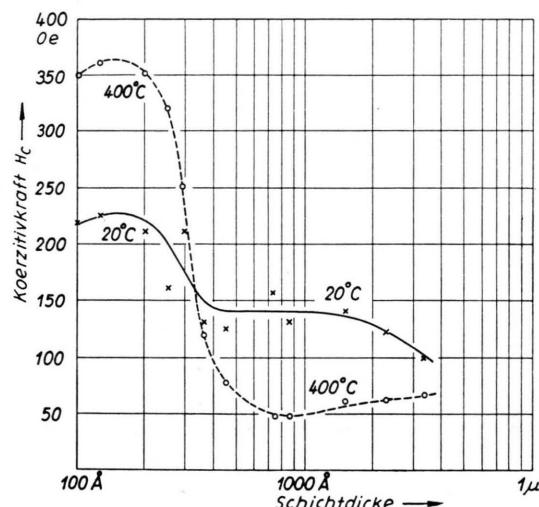


Abb. 14. Koerzitivkraft aufgedampfter Eisenschichten. Temperatur der Kupferunterlage:  $20^\circ\text{C}$  und  $400^\circ\text{C}$ .

nenstruktur bei dünnen Schichten kein Unterschied gegenüber den Koerzitivkräften der Elektrolytschichten (Abb. 12). Bei dickeren Schichten machen sich dagegen Abweichungen bemerkbar, die auf höhere innere Spannungen und vor allem auf die andere Kristallstruktur der Aufdampfschichten zurückzuführen sind.

Die elektronenmikroskopischen Untersuchungen wurden mit einem Siemens-Elmiskop I durchgeführt, welches der Universität Münster von der Deutschen Forschungsgemeinschaft zur Verfügung gestellt wurde. Herrn Prof. Dr. E. KAPPLER möchte ich an dieser Stelle meinen Dank für das dieser Arbeit entgegengebrachte Interesse aussprechen.